

日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

PCT/JP97/04889

26.12.97

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

1997年 5月14日

REC'D	27 FEB 1998
WIPO	PCT

出願番号  
Application Number:

平成 9年特許願第123964号

出願人  
Applicant (s):

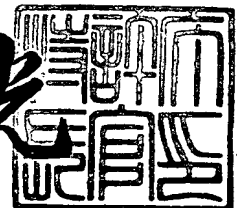
日本曹達株式会社

PRIORITY DOCUMENT

1998年 2月13日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

荒井寿光



出証番号 出証特平10-3005713

【書類名】 特許願

【整理番号】 97E17

【提出日】 平成 9年 5月14日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08G 59/40

【発明の名称】 エポキシ樹脂組成物

【請求項の数】 2

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県市原市五井南海岸 1 2 - 5 4 日本曹達株式会社  
機能製品研究所内

    【氏名】 阿部 悟

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県市原市五井南海岸 1 2 - 5 4 日本曹達株式会社  
機能製品研究所内

    【氏名】 鈴木 啓之

【特許出願人】

    【識別番号】 000004307

    【氏名又は名称】 日本曹達株式会社

    【代表者】 下村 達

【代理人】

    【識別番号】 100107984

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 廣田 雅紀

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 044347

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

特平 9-123964

【包括委任状番号】 9700920

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

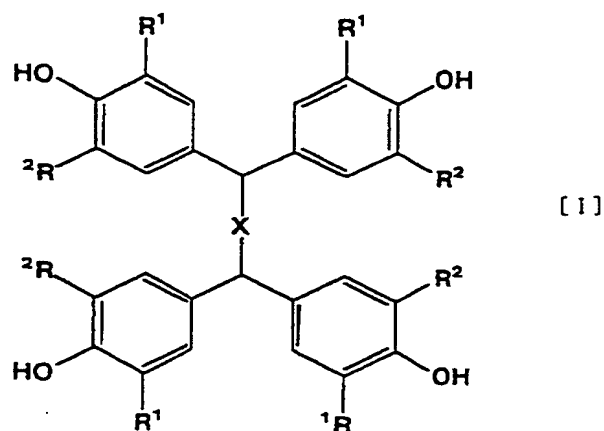
【発明の名称】 エポキシ樹脂組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】 エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる硬化剤とテトラキスフェノール誘導体とを含有することを特徴とするエポキシ樹脂組成物。

【請求項2】 テトラキスフェノール誘導体が、一般式〔I〕で表される化合物であることを特徴とする請求項1記載のエポキシ樹脂組成物。

【化1】



(式中、Xは、 $(CH_2)_n$ を表し、nは、0、1、2又は3であり、 $R_1$ 、 $R_2$ は、それぞれ水素原子、低級アルキル基、置換されていてもよいフェニル基、ハロゲン原子または低級アルコキシ基を示す。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、エポキシ樹脂組成物に係り、詳しくは、エポキシ樹脂を硬化させる硬化剤の硬化速度を進め、(1)エポキシ樹脂組成物の硬化完結時間を短縮できる利点及び(2)従来の硬化剤の使用量を低減化できる特徴があり、特にエポキシ系塗料などとして利用するのに極めて好適なエポキシ樹脂組成物に関するものである。

【0002】

## 【従来の技術】

エポキシ樹脂は、それを構成している分子中に少なくとも2つ以上のエポキシ基を有している低分子化合物あるいはオリゴマーである。従って、エポキシ樹脂自身では材料として優れた性能を発揮することはできない。エポキシ樹脂に硬化剤を配合し、3次元化反応をさせて硬化物とすることによりはじめて優れた性能を有する材料となるわけである。エポキシ樹脂硬化物が材料として優れているのは、(1) エポキシ樹脂硬化物は重合付加反応により形成されるため、揮発性の物質を生成することなく、その寸法変化が少ない、(2) 接着性、耐薬品性及び電気特性が他のプラスチック材料に比べ良好である等の性質を有しているからである。このような優れた性質をバランス良く持ち合わせていることは他種の単一なプラスチックにおいては一般に望めないものである。このようにエポキシ樹脂の利点は枚挙にいとまないが、その中で最も有効な性質は、多種のエポキシ樹脂あるいは硬化剤の中から適当なものを選択することにより、エポキシ樹脂硬化物に所望の性質を付与することができることである。硬化剤には、(1) エポキシ基と反応する事によって、硬化した樹脂中に必ず硬化剤分子が組み込まれる付加型硬化剤、(2) 硬化剤分子が樹脂中に組み込まれることなく触媒的にエポキシ基の開環を誘発し、オリゴマー間の重合付加反応を起こす重合型硬化剤、その他、(3) 紫外線照射によって硬化を起こす光開始型硬化剤等がある。何れの方法を用いるにしても、一定の条件下で、より均一に、速やかに重合付加反応を行わせることが安定した硬化物を得る上で最も重要である。しかしながら、これら既存の硬化剤のみでは(1) 樹脂粘度の増加に伴い硬化反応が途中で止まってしまふ、(2) 硬化反応に対する阻害要因が多い(3) 硬化反応を完結させるためには過酷な条件を必要とする、(4) 硬化反応を均一に行わせるためには大量の硬化剤を必要とするなどの問題があり、穏和な条件下で均一に速やかに重合付加反応行わせることを可能ならしめる硬化促進剤が望まれている。硬化促進剤とは、エポキシ樹脂を硬化させる硬化剤の硬化速度を進め、硬化反応を速やかに円滑にするためのものである。一級及び二級アミンのような付加型の硬化剤には、重合付加反応を促進する硬化促進剤としてアルコール又はフェノールが使用される

が、イミダゾールのような重合型の硬化剤ではオリゴマー間で進行するアニオン重合が阻害されるなど、汎用性の点で問題があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記問題を解決するためになされたもので、本発明の課題は、硬化剤の硬化方式にとらわれることなく、エポキシ樹脂の硬化を速やかに円滑に進めるなど、穏和な条件下でも安定した硬化物が得られるエポキシ樹脂組成物を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】

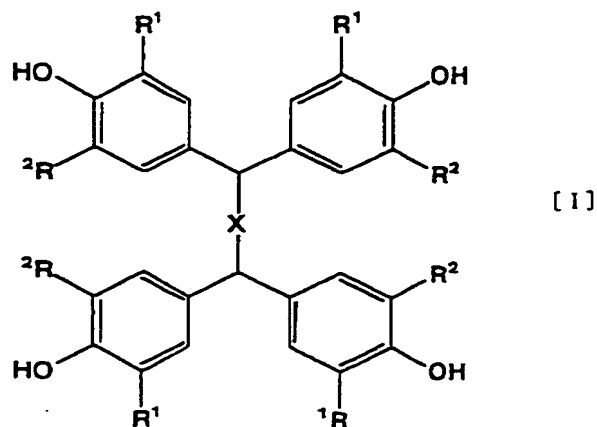
本発明は上記の問題点を解決すべく鋭意研究をした結果、特定のテトラキスフェノール誘導体をエポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる化合物と併用することにより、エポキシ樹脂の硬化が速やかにそして円滑に進み、穏和な条件下でも安定した硬化物が得られることを見出し、本発明を完成した。

【0005】

即ち本発明は、エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる硬化剤とテトラキスフェノール誘導体とを含有することを特徴とするエポキシ樹脂組成物であり、特に好ましくはテトラキスフェノール誘導体が、一般式〔I〕で表される化合物であることを特徴とするエポキシ樹脂組成物である。

【0006】

【化2】



【0007】

(式中、Xは、 $(CH_2)_n$ を表し、nは、0、1、2又は3であり、 $R_1$ 、 $R_2$ は、それぞれ水素原子、低級アルキル基、置換されていてもよいフェニル基、ハロゲン原子または低級アルコキシ基を示す。)

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明において用いられるエポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる硬化剤には、アミン系、イミダゾール系、アミド系、エステル系、アルコール系、チオール系、エーテル系、チオエーテル系、フェノール系、リン系、尿素系、チオ尿素系、酸無水物系、ルイス酸系、オニウム塩系、活性珪素化合物-アルミニウム錯体系等が上げられるが、特に制限はなく、従来のエポキシ樹脂の硬化剤として慣用されているものの中から任意のものを選択して用いることができる。

【0009】

アミン系の硬化剤としては、例えば脂肪族ポリアミン系、脂環式や複素環式ポリアミン系、芳香族ポリアミン系、変性ポリアミン系などが用いられる。脂肪族ポリアミン系硬化剤としては、例えばエチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ジプロピレンジアミン、

ジメチルアミノプロピルアミン、ジエチルアミノプロピルアミン、トリメチルヘキサメチレンジアミン、アルキル- $\epsilon$ -モノアミン、1, 4-ジアザビシクロ(2, 2, 2)オクタン(トリエチレンジアミン)、などが挙げられ、脂環式や複素環式ポリアミン系硬化剤としては、例えばピペリジン、ピペラジン、メンタンジアミン、イソホロンジアミン、3, 9-ビス(3-アミノプロピル)-2, 4, 8, 10-テトラオキスピロ(5, 5)ウンデカンアダクト、N-アミノエチルピペラジン、ビス(4-アミノシクロヘキシル)メタン、N, N'-ジメチルピペラジン、1, 8-ジアザビシクロ(4, 5, 0)ウンデセン-7などが挙げられる。

## 【0010】

芳香族ポリアミン系硬化剤としては、例えば $o$ -フェニレンジアミン、 $m$ -フェニレンジアミン、 $p$ -フェニレンジアミン、ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジフェニルスルホン、 $m$ -キレンジアミン、ピリジン、ピコリン、ベンジルメチルアミンなどが、変成ポリアミン系硬化剤としては、例えばエポキシ化合物付加ポリアミン、マイケル付加ポリアミン、マンニッヒ付加ポリアミン、チオ尿素付加ポリアミン、ケトン封鎖ポリアミンなどが挙げられる。さらに、アミン系硬化剤としてはジシアングジアミド、グアニジン、有機酸ヒドラジド、ジアミノマレオニトリル、アミンイミド、三フッ化ホウ素-ピペリジン錯体、三フッ化ホウ素-モノエチルアミン錯体などが挙げられる。

## 【0011】

イミダゾール系の硬化剤としては、イミダゾール、2-メチルイミダゾール、2-エチルイミダゾール、2-イソプロピルイミダゾール、2- $n$ -プロピルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、2-ウンデシル-1H-イミダゾール、2-ヘプタデシル-1H-イミダゾール、2-フェニル-1H-イミダゾール、4-メチル-2-フェニル-1H-イミダゾール、1-ベンジル-2-メチルイミダゾールなどが挙げられる。

## 【0012】

アミド系の硬化剤としては、例えばダイマー酸とポリアミンとの縮合により得られるポリアミドなどが挙げられ、エステル系の硬化剤としては、例えばカルボ



ン酸のアリール及びチオアリールエステルのような活性カルボニル化合物が挙げられる。さらに、フェノール、アルコール系、チオール系、エーテル系、並びにチオエーテル系の硬化剤としては、フェノールノボラック、クレゾールノボラック、ポリオール、ポリメルカプタン、ポリサルファイド、2-(ジメチルアミノメチルフェノール)、2, 4, 6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノール、2, 4, 6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノールのトリ-2-エチルヘキシル塩酸塩などが挙げられ、また、尿素系、チオ尿素系、並びにルイス酸系の硬化剤として、例えばブチル化尿素、ブチル化メラミン、ブチル化チオ尿素、三フッ化ホウ素などが挙げられる。

## 【0013】

リン系の硬化剤としては、有機ホスフィン化合物、例えば、エチルホスフィン、ブチルホスフィン等のアルキルホスフィン、フェニルホスフィン等の第1ホスフィン、ジメチルホスフィン、ジプロピルホスフィン等のジアルキルホスフィン、ジフェニルホスフィン、メチルエチルホスフィン等の第2ホスフィン、トリメチルホスフィン、トリエチルホスフィン等の第3ホスフィン等が挙げられ、酸無水物系の硬化剤としては、例えば無水フタル酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、メチルテトラヒドロ無水フタル酸、メチルヘキサヒドロ無水フタル酸、エンドメチレンテトラヒドロ無水フタル酸、メチルエンドメチレンテトラヒドロ無水フタル酸、無水マレイン酸、テトラメチレン無水マレイン酸、無水トリメリット酸、無水クロレンド酸、無水ピロメリット酸、ドデセニル無水コハク酸、無水ベンゾフェノンテトラカルボン酸、エチレングリコールビス(アンヒドロトリメリテート)、メチルシクロヘキセンテトラカルボン酸無水物、ポリアゼライン酸無水物などが挙げられる。

## 【0014】

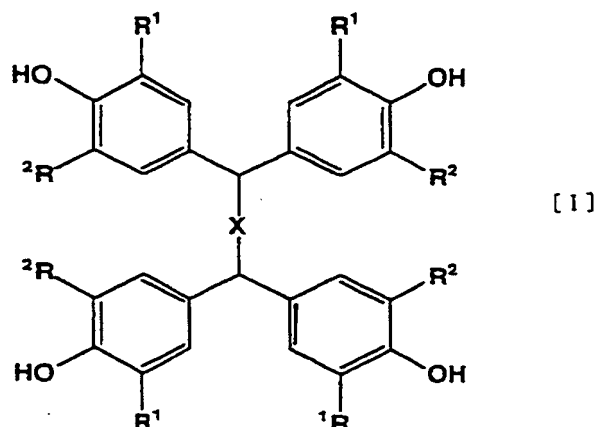
オニウム塩系や活性珪素化合物-アルミニウム錯体系の硬化剤としては、アリールジアゾニウム塩、ジアリールヨードニウム塩、トリアリールスルホニウム塩、トリフェニルシラノール-アルミニウム錯体、トリフェニルメトキシシラン-アルミニウム錯体、シリルペルオキシド-アルミニウム錯体、トリフェニルシラノール-トリス(サリシルアルデヒダート)アルミニウム錯体などが挙げられる。

【0015】

本発明において、これらの硬化剤と共に使用される特定のテトラキスフェノール誘導体は一般式〔I〕で表される化合物である。

【0016】

【化3】



【0017】

式中、Xは、 $(CH_2)_n$ を表し、nは、0、1、2又は3であり、 $R_1$ 、 $R_2$ としては、互いに同一又は相異なってもよく、例えば、水酸基、メチル基、プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、t-ブチル基、n-ヘキシル基、シクロヘキシル基等の低級アルキル基、ハロゲン原子や低級アルキル基等で置換されていてもよいフェニル基、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、沃素原子等のハロゲン原子、メトキシ基、エトキシ基、t-ブトキシ基等の低級アルコキシ基等を挙げることができる。

【0018】

本発明で使用されるテトラキスフェノールは、一般式〔1〕で表される化合物であれば特に制限されないが、具体的な例として、1, 1, 2, 2-テトラキス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス(3-

クロロ-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス (3,  
 5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス  
 (3-ブロモ-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス  
 (3, 5-ジブロモ-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テト  
 ラキス (3-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-  
 テトラキス (3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1,  
 1, 2, 2-テトラキス (3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1  
 , 1, 2, 2-テトラキス (3, 5-ジフルオロ-4-ヒドロキシフェニル) エ  
 タン、1, 1, 2, 2-テトラキス (3-メトキシ-4-ヒドロキシフェニル)  
 エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス (3, 5-ジメトキシ-4-ヒドロキシフ  
 ェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス (3-クロロ-5-メチル-4-  
 ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス (3-ブロモ-5-  
 メチル-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス (3-  
 メトキシ-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テ  
 トラキス (3-*t*-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル) エタン、1  
 , 1, 2, 2-テトラキス (3-クロロ-5-ブロモ-4-ヒドロキシフェニル  
 ) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス (3-クロロ-5-フェニル-4-ヒド  
 ロキシフェニル) エタン、1, 1, 2, 2-テトラキス [(4-ヒドロキシ-3-  
 フェニル) フェニル] エタン、1, 1, 3, 3-テトラキス (4-ヒドロキシ  
 フェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス (3-メチル-4-ヒドロキ  
 シフェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス (3, 5-ジメチル-4-  
 ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス (3-クロロ-4-  
 ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス (3, 5-ジク  
 ロロ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス (3-  
 ブロモ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス (3  
 , 5-ジブロモ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テトラ  
 キス (3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1, 3, 3-テ  
 トラキス (3, 5-ジフェニル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1,  
 3, 3-テトラキス (3-メトキシ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1,

1, 3, 3-テトラキス(3, 5-ジメトキシ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、1, 1, 3, 3-テトラキス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、1, 1, 4, 4-テトラキス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3, 5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3-メトキシ-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3, 5-ジメトキシ-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3-ブロモ-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3, 5-ジブロモ-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1, 4, 4-テトラキス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)ブタン等を例示することができる。これらのテトラキスフェノール誘導体はそれぞれ単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0019】

テトラキスフェノールは、エポキシ樹脂用硬化剤を含むエポキシ樹脂組成物に対しテトラキスフェノール分として、0.1ないし20重量%、好ましくは0.1ないし10重量%の量使用される。

【0020】

また、本発明のエポキシ樹脂組成物には前述のものの外、必要に応じて可塑剤、有機溶剤、反応性希釈剤、増量剤、充填剤、補強剤、顔料、難燃化剤、増粘剤及び離型剤など種々の添加剤が配合される。

【0021】

本発明のエポキシ樹脂組成物に使用される未硬化エポキシ樹脂としては、公知のもの、例えばビスフェノールA-エピクロルヒドリン樹脂、多官能エポキシ樹脂、脂環式エポキシ樹脂、臭素化エポキシ樹脂、エポキシノボラック樹脂など、

1分子中に少なくとも1個のエポキシ基を有するものを挙げることができる。

【0022】

本発明のエポキシ樹脂組成物では、穏和な条件下でも硬化反応が速やかにそして円滑に進行し安定した硬化物が得られるなど、硬化剤のみによる硬化と比べて樹脂組成物の硬化特性が著しく改善される。本発明のエポキシ樹脂組成物は、常温から中温域で硬化し迅速に所望の硬化物を与えることから、接着剤、半導体封止材、プリント配線板用積層板、ワニス、粉体塗料、注型材料、インク等の用途に好適に使用することができる。

【0023】

【実施例】

次に実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

【0024】

(実施例1)

未硬化エポキシ樹脂 (UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名) 100重量部に、1-ベンジル-2-メチルイミダゾール (1B2MZ) 4.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間と、未硬化エポキシ樹脂 (UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名) 100重量部に対して1B2MZ 4.0重量部並びに1, 1, 2, 2-テトラキス (4-ヒドロキシフェニル) エタン (TEP) を5.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間の相異を、それぞれのエポキシ樹脂組成物の経時による粘度変化を測定することにより求めた。粘度測定は、JISK-6833-1994に準じ、B8R型回転粘度計 (東京計器製、ローター番号No. 6) を用い、各試験サンプルをネジ口瓶5V-100 (日電理化硝子製) に入れて25℃下で行った。結果を表1に示す。粘度が初期粘度の2倍になるまでの時間で比較すると、1B2MZを配合したエポキシ樹脂組成物では10時間であり、1B2MZとTEPを配合した組成物では約1時間となる。これにより、テトラキスフェノールを配合することにより、硬化時間が1/10に短縮でき、短時間で硬化物が得られることが分かった。

【0025】

(実施例2)

未硬化エポキシ樹脂 (UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名) 100重量部に、2-エチル-4-メチルイミダゾール (2E4MZ) 4.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間と、未硬化エポキシ樹脂 (UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名) 100重量部に対して2E4MZ 4.0重量部並びに1, 1, 2, 2-テトラキス (4-ヒドロキシフェニル) エタン (TEP) を5.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間の相異を、それぞれのエポキシ樹脂組成物の経時による粘度変化を測定することにより求めた。粘度測定は、JISK-6833-1994に準じ、B8R型回転粘度計 (東京計器製、ローター番号No. 6) を用い、各試験サンプルをネジ口瓶5V-100 (日電理化硝子製) に入れて25℃下で行った。結果を表1に示す。粘度が初期粘度の2倍になるまでの時間で比較すると、2E4MZを配合したエポキシ樹脂組成物では8時間であり、2E4MZとTEPを配合した組成物では約2時間となる。これにより、テトラキスフェノールを配合することにより、硬化時間が1/4に短縮でき、短時間で硬化物が得られることが分かった。

【0026】

(実施例3)

未硬化エポキシ樹脂 (UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名) 100重量部に、1-ベンジル-2-メチルイミダゾール (1B2MZ) 4.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間と、未硬化エポキシ樹脂 (UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名) 100重量部に対して1B2MZ 1.0重量部並びに1, 1, 2, 2-テトラキス (4-ヒドロキシフェニル) エタン (TEP) を5.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間の相異を、それぞれのエポキシ樹脂組成物の経時による粘度変化を測定することにより求めた。粘度測定は、JISK-6833-1994に準じ、B8R型回転粘度計 (東京計器製、ローター番号No. 6) を用い、各試験サンプルをネジ口瓶5V-100 (日電理化硝子製) に入れて25℃下で行った。結果を表1に示す。粘度が初期粘度の2倍になるまでの時間で比較すると、1B2MZを配合

したエポキシ樹脂組成物では10時間であり、それより1/4の使用量の1B2MZとTEPを配合した組成物では約2時間となる。これにより、テトラキスフェノールを配合することにより、硬化剤使用量を1/4にまで下げても硬化時間を1/5に短縮でき、短時間で硬化物が得られることが分かった。

【0027】

(比較例)

未硬化エポキシ樹脂(UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名)100重量部に、2-エチル-4-メチルイミダゾール(2E4MZ)4.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間と、未硬化エポキシ樹脂(UVR-6410、ユニオンカーバイド社製、商品名)100重量部に対して2E4MZ 4.0重量部並びにフェノールを5.0重量部を配合したエポキシ樹脂組成物の硬化時間の相異を、それぞれのエポキシ樹脂組成物の経時による粘度変化を測定することにより求めた。粘度測定は、JISK-6833-1994に準じ、B8R型回転粘度計(東京計器製、ローター番号No. 6)を用い、各試験サンプルをネジ口瓶5V-100(日電理化硝子製)に入れて25℃下で行った。結果を表1に示す。粘度が初期粘度の2倍になるまでの時間で比較すると、2E4MZを配合したエポキシ樹脂組成物と2E4MZとフェノールを配合した組成物は共に約8時間であり、フェノールの配合による硬化促進は観察されなかった。

【0028】

【表1】

時間 [Hr]	実施例 1		実施例 2		実施例 3		比較例	
	1B2MZ	1B2MZ+TEP	2E4MZ	2E4MZ+TEP	1B2MZ	1B2MZ+TEP	2E4MZ	2E4MZ+phenol
	樹脂の粘度 (cp/25℃)	樹脂の粘度 (cp/25℃)	樹脂の粘度 (cp/25℃)	樹脂の粘度 (cp/25℃)	樹脂の粘度 (cp/25℃)	樹脂の粘度 (cp/25℃)	樹脂の粘度 (cp/25℃)	樹脂の粘度 (cp/25℃)
0	10200	12500	13400	15200	10200	13000	13400	9000
1	10200	23500	13400	20450	10200	19500	13400	9000
2	10680	65700	14000	29800	10680	29700	14000	9300
3		376800		40050		56800		9900
4	12400		16750	57200	12400	182400	16750	10800
5				88600				12500
6	14800		20600		14800		20600	14200
8	16680	2000000↑	25000	2000000↑	16680	2000000↑	25000	18400
10	20400		31500		20400		31500	
18	120000				120000			
24			178600				178600	



【0029】

【発明の効果】

本発明のエポキシ樹脂組成物は、フェノール等とは異なる特定のテトラキスフェノールと硬化剤とを併用することによって、硬化反応が活性化、特に常温といった穏和な条件での硬化特性に優れたものである。さらに、本発明は、エポキシ樹脂に限らず主剤と副剤の混合により硬化を開始するような2液型熱硬化性樹脂組成物、例えばウレタン樹脂組成物、シリコン樹脂組成物等にも応用が可能である。このエポキシ樹脂組成物を使用することによって、硬化反応に要するエネルギーコストの低減化が可能となり、また、硬化反応の活性化に伴って硬化剤の使用量の低減化も期待できることから、工業上大変有益なものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 硬化剤の硬化方式にとらわれることなく、エポキシ樹脂の硬化を速やかに円滑に進めるなど、穏和な条件下でも安定した硬化物が得られるエポキシ樹脂組成物を提供すること。

【解決手段】 エポキシ樹脂組成物に、エポキシ基と反応してエポキシ樹脂を硬化させる硬化剤とテトラキスフェノール誘導体とを含有させる。

【書類名】  
【訂正書類】

職権訂正データ  
特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】

000004307

【住所又は居所】

東京都千代田区大手町2丁目2番1号

【氏名又は名称】

日本曹達株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】

100107984

【住所又は居所】

東京都中央区八丁堀4丁目13番5号 幸ビル7階

廣田特許事務所

【氏名又は名称】

廣田 雅紀

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004307]

1. 変更年月日 1990年 8月22日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都千代田区大手町2丁目2番1号  
氏 名 日本曹達株式会社